

## Uma rota eficiente de funcionalização de MWCNTs com isocianato via radiação de micro-ondas

**Magnovaldo C. Lopes<sup>1</sup>(PG), Mayara C.G. Silva<sup>1</sup>(PG), Hélio Ribeiro<sup>1</sup>(PG), \*Rodrigo L. Lavall<sup>1</sup>(PQ), Glaucia G. Silva<sup>1</sup>(PQ)**

<sup>1</sup> Universidade Federal de Minas Gerais, Av. Antônio Carlos, 6627, Pampulha, Belo Horizonte, CEP.: 31270-901.

\*rodrigollavall@gmail.com

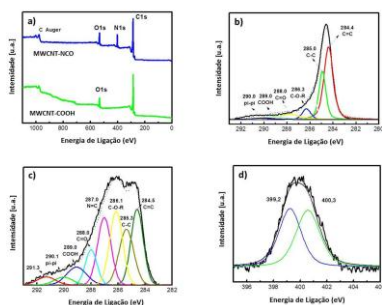
Palavras Chave: Nanotubos de carbono, funcionalização, isocianato, micro-ondas.

### Introdução

Os nanotubos de carbono (CNTs) tem sido utilizados como material de reforço em nanocompósitos por apresentarem ótimas propriedades mecânicas (além das térmicas e elétricas)<sup>1</sup>. Para que o reforço mecânico seja obtido, os nanotubos tem que estar bem dispersos e aderidos à matriz. Para isso, uma estratégia bem estabelecida é a modificação covalente da superfície dos CNTs (funcionalização). Dentre as diferentes estratégias de funcionalização, a inserção de grupos isocianatos, possibilita a formação de ligações covalentes entre os CNTs e polímeros como o poliuretano. Assim, neste trabalho foi desenvolvida uma rota de funcionalização eficiente de MWCNT-COOH com grupos isocianato (MWCNT-NCO) via microondas<sup>2</sup>. Os MWCNT-NCO foram caracterizados por espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS), termogravimetria (TG), espectroscopia na região do infravermelho (IV), ressonância magnética nuclear de alta resolução com giro no ângulo mágico (RMN HRMAS) e microscopias eletrônicas de varredura e transmissão (MEV e MET).

### Resultados e Discussão

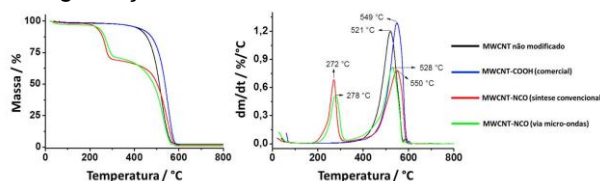
No trabalho foram utilizados MWCNTs funcionalizados com ~4% de grupos carboxilados. Este novo método de funcionalização possibilitou a redução do tempo de funcionalização de 24h (método convencional) para 30 min (via micro-ondas)<sup>2</sup>. Os espectros de XPS dos MWCNT-NCO são mostrados na Fig. 1.



**Figura 1.** Espectros de XPS estendido para amostras de MWCNT-COOH e MWCNT-NCO (a) e de alta resolução obtidos na região de energia de ligação do C1s para as

amostras MWCNT-COOH (b), MWCNT-NCO (sintetizado via micro-ondas) (c) e na região do N1s para a amostra de MWCNT-NCO (sintetizado via micro-ondas) (d).

Pelas análises de XPS, verifica-se um pico de fotoemissão em ~287 eV característico da ligação N=C de grupos isocianatos. Também foram observados picos de fotoemissão característicos da ligação covalente entre os MWCNT e grupos isocianato, confirmado por IV e RMN. Pela análise de (TG/DTG), Figura 2, pode-se observar 2 etapas de degradação térmica, a primeira em 278°C característica da degradação das moléculas de isocianato e uma segunda em 529°C características da degradação dos MWCNTs<sup>3</sup>.



**Figura 2.** TG dos MWCNT não modificados, MWCNT-COOH e MWCNTs-NCO

Através das imagens de MET foi possível observar regiões nas paredes dos CNTs que podem estar associadas a funcionalização com o isocianato.

### Conclusões

Considerando os dados apresentados, pode-se afirmar que o emprego da radiação de micro-ondas na funcionalização dos CNTs é ideal para a funcionalização, uma vez que o tempo de reação foi reduzido sem alteração nas características dos CNTs em relação ao procedimento convencional.

### Agradecimentos

CNPq, Centro de microscopia da UFMG, INCT de Nanomateriais de Carbono, Petrobras, FAPEMIG

<sup>1</sup> Tasis, D.; Tagmatarchis, N.; Bianco, A. Prato; M. *Chemistry of carbon nanotubes*. *Chemical Reviews*. **2006**, 106, 1105-36.

<sup>2</sup> Ribeiro, H.; Silva, G.G.; Lopes, M.C.; Lavall, R.L.; Calado, H.D.R. Patente nº BR10201440270299.2014.

<sup>3</sup> Song, H.-J.; Zhang, Z.-Z.; Men, X.-H.; *European Polymer Journal*. **2007**, 43, 4092-102.